第 51 卷 第 7 期 金属学报 Vol.51 No.7
2015 年 7 月 第784-790页 ACTA METALLURGICA SINICA Jul. 2015 pp.784-790

# 超快冷终冷温度对含Nb-V-Ti微合金钢组织转变及析出行为的影响*

李小琳 王昭东 邓想涛 张雨佳 类承帅 王国栋

(东北大学轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 沈阳 110819)

**摘 要** 以复合添加Nb, V和Ti的低碳微合金钢为研究对象, 采用热模拟试验机模拟高温轧制+超快速冷却+缓冷工艺, 采用OM, HRTEM和显微硬度计等对超快冷至不同温度实验钢的组织转变和析出规律进行研究. 结果表明, 随着超快冷终冷温度的升高, 显微组织由贝氏体向珠光体和铁素体转变, 碳化物形核位置从贝氏体转变为铁素体, 铁素体中的析出物密度大于贝氏体中的, 且在620 ℃达到最大. 超快冷至不同温度时析出物的尺寸均小于10 nm, 纵横比均接近于1, 即析出物形态更接近于球形, 且随终冷温度的降低, 析出物尺寸逐渐减小. 利用Orowan机制计算了析出强化增量, 得出在620 ℃析出强化对屈服强度的贡献最大, 可达到25.6%.

**关键词** Nb-V-Ti微合金钢, 超快冷, 硬度, 析出强化

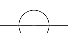
**中图法分类号** TG113 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2015)07-0784-07

# EFFECT OF FINAL TEMPERATURE AFTER ULTRA-FAST COOLING ON MICROSTRUCTURAL EVOLUTION AND PRECIPITATION BEHAVIOR OF Nb-V-Ti BEARING LOW ALLOY STEEL

*LI Xiaolin, WANG Zhaodong, DENG Xiangtao, ZHANG Yujia, LEI Chengshuai, WANG Guodong*
State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819
*Correspondent: WANG Zhaodong, professor, Tel: (024)83686426, E-mail: zhaodongwang@263.net*
*Supported by National Natural Science Foundation of China (No.51234002)*
Manuscript received 2014-11-04, in revised form 2015-01-18

**ABSTRACT** High strength low-alloy (HSLA) steel has been widely used in buildings, bridges, ships and automobiles because of the remarkable high strength and forming property. Conventional HSLA steels are strengthened by a combination of grain refinement, solid-solution strengthening and precipitation hardening, and the contribution of precipitation hardening is considered to be minor, since many of the alloying elements are added to HSLA steels in the past basically for the strengthening of grain refinement. However, in recent research, yield strengths up to 780 MPa have been achieved in Ti and Mo bearing HSLA sheet steels by producing microstructures that consist of a ferritic matrix with nanometer-sized carbides, and the precipitation strengthening has been estimated to be approximately 300 MPa. Nowadays, thermo mechanical controll process (TMCP) is widely used to process HSLA steels, the final temperature of ultra-fast cooling (UFC) plays a decisive role for microstructure evolution and precipitation behavior, and finally determines the mechanical properties of the steels. In this work, the effects of final temperature after UFC on microstructural evolution, precipitation behavior and micro-hardness of Nb-V-Ti bearing

*国家自然科学基金资助项目 51234002
收到初稿日期: 2014-11-04, 收到修改稿日期: 2015-01-18
作者简介: 李小琳, 女, 1990年生, 博士生
DOI: 10.11900/0412.1961.2014.00606



low alloy steel were studied by using the thermal mechanical simulator, OM, HRTEM and micro-hardness instrument. The results showed that the microstructure and nucleation sites of micro-alloy carbides changed with final temperature after UFC. The microstructure changed from bainite to pearlite and ferrite and the nucleation sites changed from bainite to ferrite with final cooling temperature increasing. The number density of the precipitates in ferrite matrix was greater than that in bainite. Furthermore, the number density of the nanometer sized carbides got the maximum values at 620 ℃. The aspect ratios of the precipitates were close to 1, which meat that the precipitation morphology close to spherical. The sizes of the carbides were all less than 10 nm and became smaller with the decrease of final cooling temperature. Through the calculation by Orowan mechanism, the contributions of the precipitation strengthening to yield strength could reach 25.6% at the final cooling temperature of 620 ℃.

**KEY WORDS** Nb-V-Ti bearing low alloy steel, ultra-fast cooling, hardness, precipitation strengthening



微合金高强钢 (high strength low alloy, HSLA)以其高强度、高韧性和优异的焊接性能而被广泛使用在建筑行业、桥梁建设、能源传输和汽车工业领域. 这类钢采用低碳成分设计保证良好的焊接性能[1~3], 同时添加Nb, V, Ti和Mo等一种或多种微合金元素, 主要通过细晶强化、固溶强化、相变强化和沉淀强化来保证实验钢的强度[4~8]. 过去研究人员[9~11]认为添加微合金元素的主要作用是细晶强化, 而析出强化的贡献很小. 然而, Funakawa等[12]以Ti-Mo微合金钢为基础成功开发出一种具有良好扩孔性能的高强钢, 其特征在于铁素体基体上分布着大量尺寸约为3 nm的碳化物, 对屈服强度的贡献可达300 MPa. 这一突破性成果彻底改变了对微合金元素作用的认识. 研究[13~17]发现, 利用以超快冷(ultra-fast cooling, UFC)为核心的控制轧制和控制冷却工艺(thermo mechanical control process, TMCP)能够获得基体中弥散分布的纳米析出物, 并且认为这些对强度提升起主要作用的纳米级析出粒子主要是在铁素体和贝氏体中形成的, 因此如何控制工艺从而在铁素体和贝氏体中得到纳米尺寸的析出粒子显得尤为重要. 研究人员[18~22]以高温轧制+超快速冷却+缓冷工艺为指导, 成功研发出组织均匀且析出相弥散细小的实验钢. 通常UFC的冷速可以达到100 ℃/s以上, 实验钢高温终轧后快速冷至某一终冷温度, 会使组织细化, 且微量元素立即达到高度过饱和, 并且在后续的缓冷过程中析出. 一般认为, 选择较低的终冷温度能促进细小的低温组织形成, 且析出物具有较大的形核驱动力, 有利于实现析出强化, 但是由于低温限制了微合金元素的扩散, 对析出强化有一定影响. 因此, 有必要系统研究超快冷终冷温度对实验钢显微组织和析出行为的影响, 并探讨其影响机制, 为制定相关的轧制工艺奠定基础.

本工作以含Nb-V-Ti低碳微合金钢为研究对象, 利用热模拟试验机研究不同终冷温度对实验钢组织转变、析出行为及显微硬度的影响规律, 利用高分辨透射电子显微镜(HRTEM)观察铁素体和贝氏体区域纳米析出物的尺寸、数量、形貌和分布特征, 并分析不同超快冷温度下析出强化对实验钢屈服强度的贡献, 为制定最佳的TMCP工艺奠定基础.

## 1 实验方法

实验用含Nb-V-Ti微合金钢的化学成分(质量分数, %)为: C 0.09, Mn 1.05, Si 0.25, N 0.0037, Ti 0.011, V 0.03, Nb 0.025, Fe 余量. 采用150 kg ZGIL0.01-50-4K真空熔炼炉炼制, 为防止冶炼过程中钢的氧化, 冶炼时向炉中通入Ar气保护. 冶炼的钢水铸成50 kg的钢锭, 之后切去缩孔, 锻造开坯得到100 mm × 100 mm的方坯, 钢坯重新加热到1200 ℃保温2 h进行均匀化处理, 后在直径450 mm二辊可逆热轧实验轧机上进行7道次轧制, 最终板厚约为12 mm. 将12 mm厚钢板置于K010箱式电阻炉中于1200 ℃保温72 h, 使碳化物尽可能完全溶解于基体, 然后淬火至室温. 沿着轧制方向切取直径8 mm, 长15 mm的热模拟试样.

热处理及动态连续冷却转变(continuous cooling transformation, CCT)曲线测定实验均在MMS-300热力模拟试验机上进行, 热处理实验工艺为将试样以10 ℃/s的加热速率加热到1200 ℃, 保温3 min后以10 ℃/s的冷却速率冷却到900 ℃, 再施加60%的变形, 以80 ℃/s的冷却速率分别冷却到540, 580, 620和660 ℃, 再以0.1 ℃/s的冷却速率缓慢冷却至室温来模拟超快冷后的缓冷工艺. CCT曲线测定工艺为将试样以10 ℃/s的加热速率加热到1200 ℃, 保温3 min后以10 ℃/s冷却速率冷却到900 ℃, 再施加60%的变形, 以冷速0.5, 1, 2, 5, 10, 15, 20, 25, 30和40 ℃/s的冷却速率冷至室温, 利用温度膨胀量曲线结合金相组织, 绘制动态CCT曲线, 结果如图1所示.

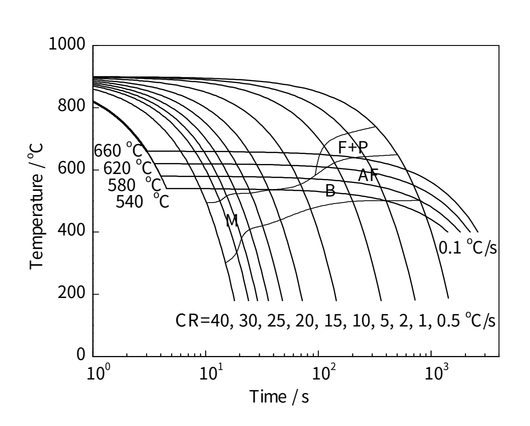



**图1** 超快冷至不同温度的缓冷与动态连续冷却工艺曲线图

**Fig.1** Curves of ultra-fast cooling (UFC) to different temperatures and dynamic continuous cooling transformation (CCT) (F—ferrite, P—pearlite, AF—acicular ferrite, B—bainite, M—martensite, CR—cooling rate)

于热电偶下方约1 mm处将热模拟试样切开, 经过机械研磨和抛光后采用4% (体积分数)硝酸酒精溶液腐蚀约15 s, 通过LEICA DMIRM光学显微镜(OM)观察其金相组织, 并利用HV-50 Vickers显微硬度计对实验钢局部显微组织硬度进行测试, 载荷为25 g, 加载时间为10 s, 每个试样检测20个点取平均值. 为了观察实验钢超快冷至不同温度的析出行为, 从热处理后的热模拟试样上切出厚度约为300 μm圆片, 经SiC砂纸机械研磨至50 μm以下, 然后采用Tenu-Pol-5型电解双喷减薄仪进行减薄, 电解液为9% (体积分数)的高氯酸酒精溶液, 双喷电压为30~35 V, 温度为−20 ℃, 采用TECNAI G$^2$ F20场发射透射电子显微镜(TEM)对析出粒子的尺寸、数量、形貌及分布规律进行观察.

## 2 实验结果

### 2.1 显微组织

图2为实验钢超快冷至不同温度后的OM像.

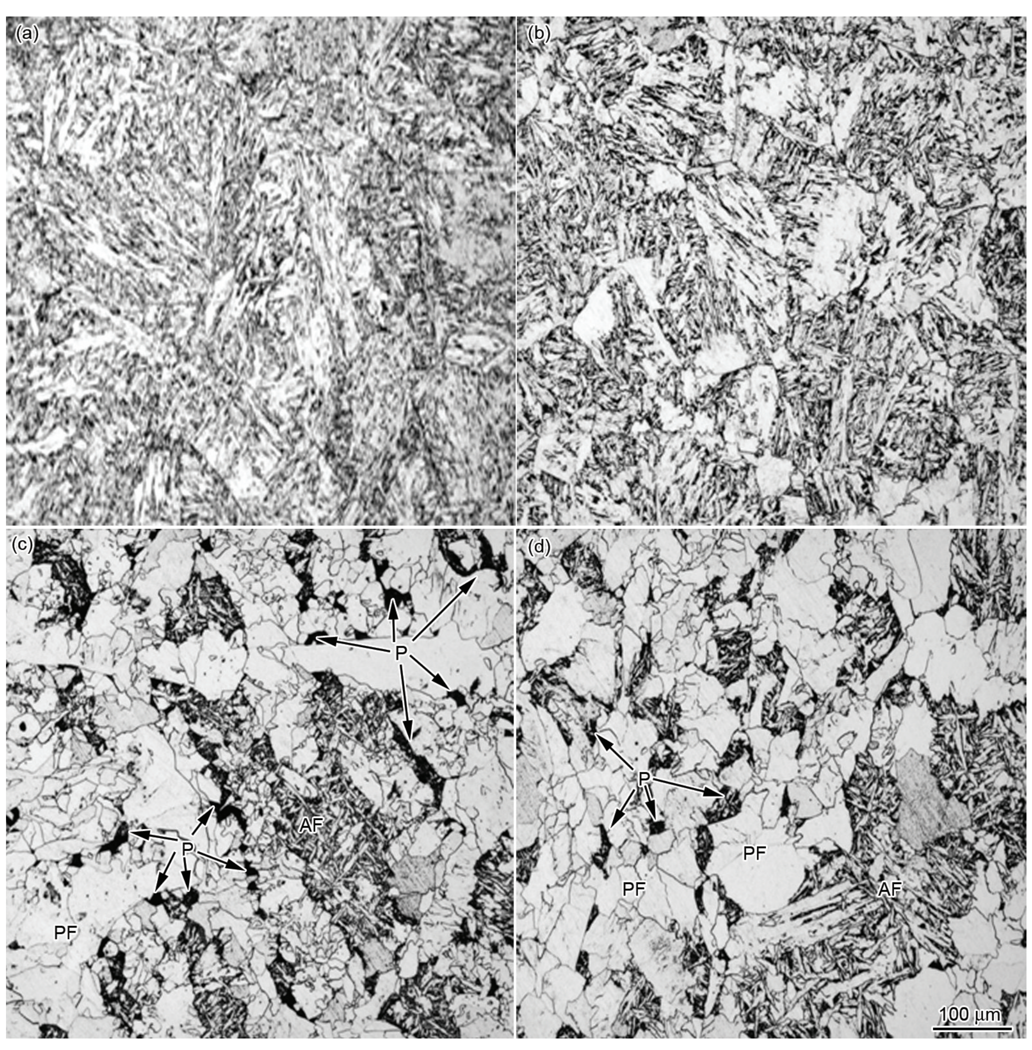



**图2** 实验钢超快冷至不同温度时的OM像

**Fig.2** OM images of experimental steel with final cooling temperature of 540 ℃ (a), 580 ℃ (b), 620 ℃ (c) and 660 ℃ (d) after UFC (AF—acicular ferrite, PF—polygonal ferrite)

可以看出, 超快冷至 540 和 580 ℃时, 显微组织主要为贝氏体, 如图 2a 和 b 所示. 超快冷至 620 和 660 ℃时, 显微组织主要为多边形铁素体、针状铁素体和少量珠光体 (图 2c 和 d), 在相变过程中, 多边形铁素体在原奥氏体晶界处首先生成, C 原子扩散导致少量珠光体生成, 大量剩余奥氏体继续冷却至中温相变区时转变为针状铁素体.

**2.2 析出行为**

图 3 为实验钢超快冷至不同温度时的析出物形貌, 其中贝氏体区域的析出物形貌如图 3a 和 b 所示, 铁素体区域的析出物形貌如图 3c 和 d 所示. 实验钢变形后快冷通过 $\gamma\rightarrow\alpha$ 相变区, 微合金碳化物的相间析出将在一定程度上被抑制, 后续进行缓冷, 碳化物将主要以均匀形核的方式在铁素体及贝氏体基体中沉淀析出. 可以看出, 随着超快冷终冷温度的升高, 析出物密度先增大后减小. 贝氏体中的析出物数目明显小于铁素体中的析出物数目, 因为铁素体的排碳化学驱动力比贝氏体大, 因此铁素体中析出物数目较多. 在贝氏体中随着超快冷终冷温度的升高, 析出数目呈上升趋势, 而在铁素体中则相反, 这是因为析出物数目是由析出热力学中的形核驱动力以及析出动力学中微合金元素扩散速率共同决定的. 贝氏体转变的温度相对较低, 不利于微合金元素的析出, 且随着终冷温度的降低, 析出形核驱动力的增大无法弥补微合金元素扩散速率的大幅降低对于析出物形核与长大的影响, 因此贝氏体区中, 终冷温度越低, 析出物数目越少. 而在铁素体基体中, 随着终冷温度的降低, 析出的形核驱动力增大可以弥补微合金元素扩散速率的略微降低对析出物形核与长大的影响.

图 4 为实验钢超快冷至不同温度后纳米级碳化物的 HRTEM 像. 由图可知, 随着超快冷终冷温度的

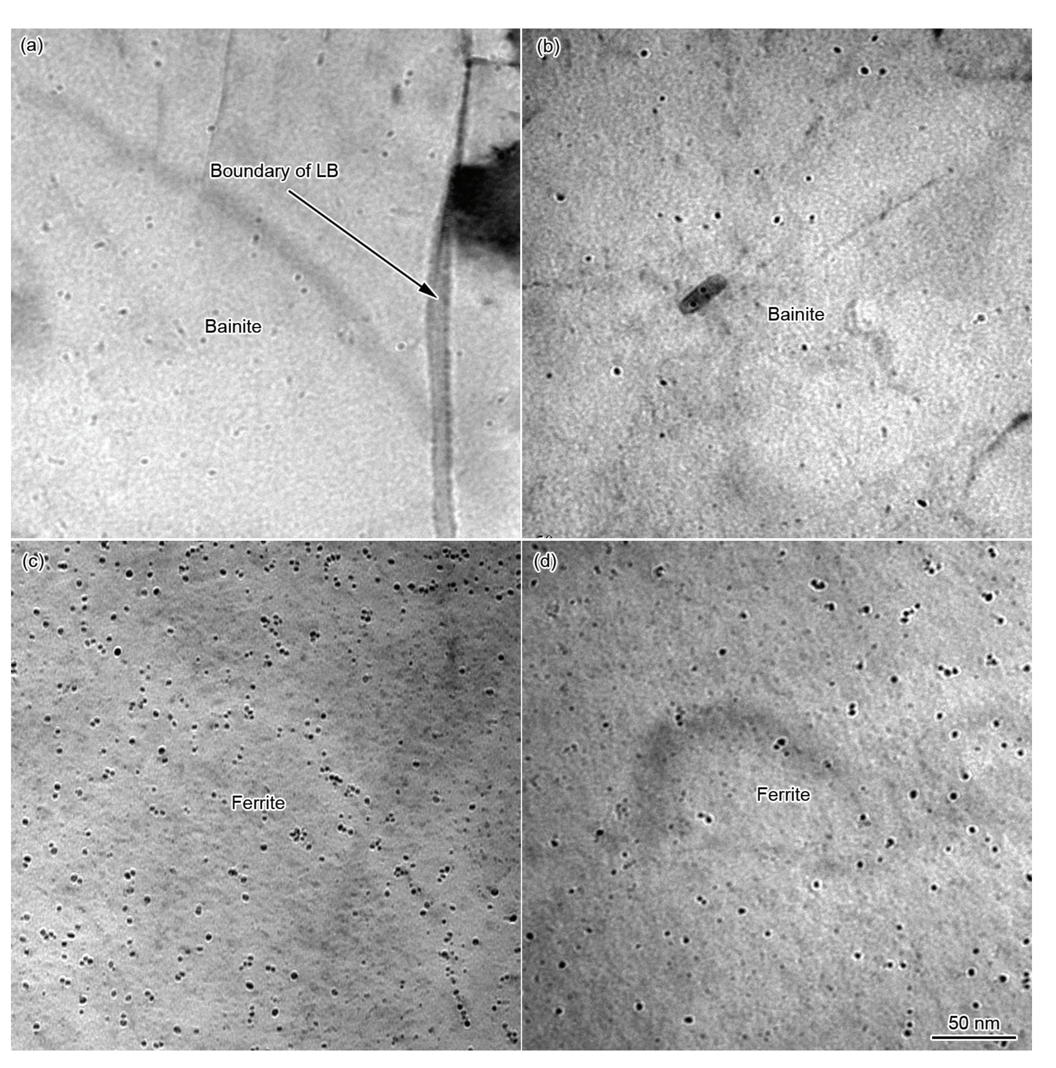



**图 3** 实验钢超快冷至不同温度时的析出物形貌

**Fig.3** Precipitation morphologies of experimental steel with final cooling temperatures of 540 ℃ (a), 580 ℃ (b), 620 ℃ (c) and 660 ℃ (d) after UFC

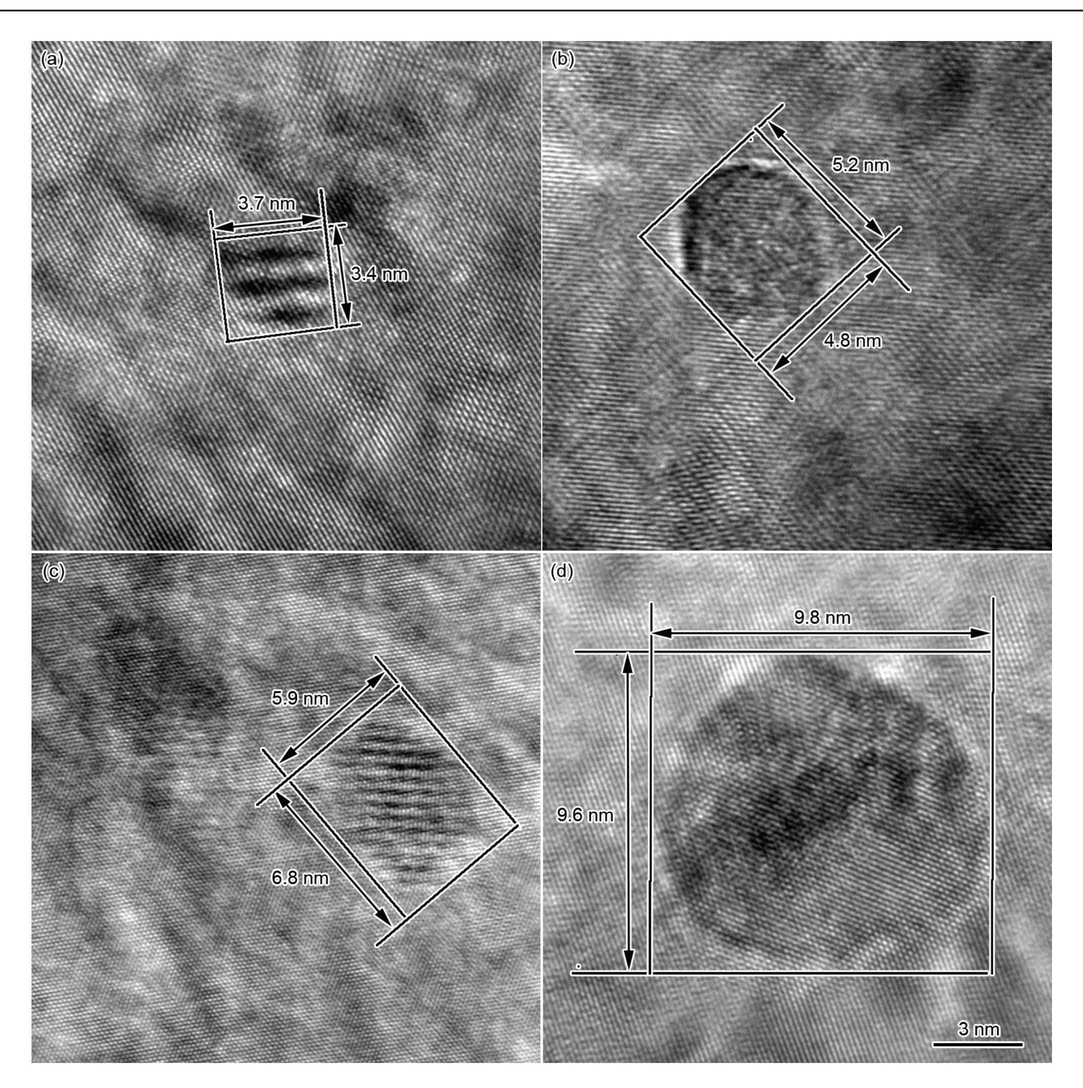



**图4** 实验钢超快冷至不同温度时纳米碳化物的HRTEM像

**Fig.4** HRTEM images of nanometer-sized carbides in experimental steel with final cooling temperatures of 540 ℃ (a), 580 ℃ (b), 620 ℃ (c) and 660 ℃ (d) after UFC

升高, 碳化物的尺寸不断增大. 图4a~d中碳化物的纵横比分别为1.09, 1.08, 1.15和1.02, 均接近于1, 认为碳化物的形态为球形. 取20个碳化物纵横长度的平均值作为碳化物的直径, 得到其直径分别为3.6, 5.0, 6.4和9.7 nm. 在图4a和c中可以看到清晰的Moiré条纹, 其原因是碳化物的大小和基体的厚度相差很大, 使得碳化物和基体相互叠加, 2者之间的二次衍射效应产生了Moiré条纹衬度轮廓[23], 通过Moiré条纹可以准确地测出碳化物的尺寸. 在图4b和d中没有观察到Moiré条纹, 因为碳化物的尺寸和所在基体的厚度相当, 因此无法得到碳化物和基体之间的二次衍射效应, 从而无法产生Moiré条纹, 但是由于碳化物尺寸和基体厚度相当, 使得碳化物和基体的相界面非常明锐, 同样可以直接准确地测出碳化物的大小.

### 2.3 显微硬度

考虑到晶界的影响, 进行显微硬度测量时, 通常选择尺寸较大的铁素体及贝氏体晶粒中心进行测量. 图5为实验钢超快冷至不同温度时基体的显微硬度. 可以看出, 随着终冷温度的升高, 实验钢的显微硬度先略微增大后减小. 由于显微硬度测试是在一个晶粒内部进行, 排除了晶界强化的可能性, 因此相同基体内显微硬度的差异主要是由于碳化物析出所造成的, 且贝氏体基体硬度高于铁素体的, 因此显微硬度随着超快冷终冷温度的升高先略微增大后减小.

### 2.4 析出强化增量计算

在析出强化的机制中, 碳化物与位错的交互作用符合Orowan机制[24], 即滑移的位错接触碳化物时, 碳化物会阻碍位错产生弯曲, 当应力逐渐增大,

最后位错将通过碳化物并在其附近留下一系列位错环. 强度增量可以通过下式进行计算:

$$\Delta\sigma_{pre} = \frac{Gb}{L} \quad (1)$$

式中, $\Delta\sigma_{pre}$ 为析出强化对于屈服强度的贡献, $G$ 为基体的切变模量, $b$ 为位错的Burgers矢量模, $L$ 为碳化物粒子间距.

经上式计算得出, 超快冷至 540, 580, 620 和 660 ℃时析出强化增量分别为28.2 , 46.7, 142.3 和 90.6 MPa, 可以看出, 析出强化增量最大的是超快冷至620 ℃时的实验钢. 将超快冷至不同温度实验钢中基体的显微硬度245, 249, 228 和208 HV 转换为屈服强度, 分别为583.5, 601.5, 556.2 和506.5 MPa. 经计算, 析出强化的贡献分别为4.8%, 7.8%, 25.6%和18.0%, 如图6所示. 可以看出, 铁素体区域的析出强化效应较贝氏体中明显, 且终冷温度为620 ℃时析出强化对屈服强度的贡献最为显著.

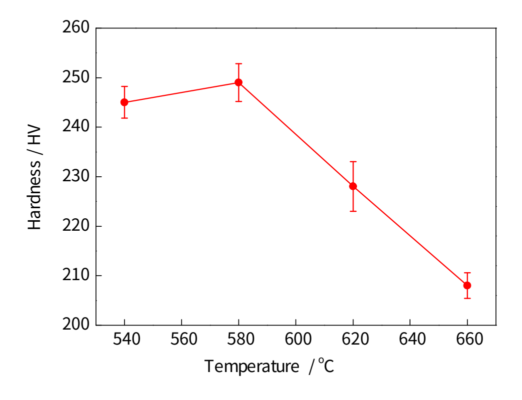



**图5** 实验钢超快冷至不同温度时的显微硬度

**Fig.5** Micro-hardness of experimental steel after UFC to different temperatures

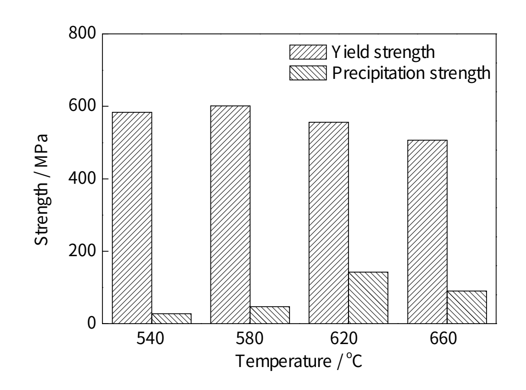



**图6** 实验钢超快冷至不同温度时基体的屈服强度及析出强化增量

**Fig.6** Yield strength of matrix and the contribution of precipitation strength to yield strength of the experimental steel after UFC to different temperatures

## 3 结论

(1) 实验钢超快冷至540和580 ℃时, 显微组织以贝氏体为主; 超快冷至620和660 ℃时, 显微组织主要为多边形铁素体、针状铁素体和少量珠光体.

(2) 超快冷终冷温度决定碳化物形核位置, 其中540和580 ℃时主要在贝氏体中形核, 620和660 ℃主要在铁素体中形核. 铁素体基体中的碳化物密度明显大于贝氏体中的碳化物密度, 其中超快冷至620 ℃时纳米级碳化物密度最大. 不同超快冷终冷温度下所得到碳化物的尺寸均小于10 nm, 纵横比均接近1, 即析出物接近球形, 且随着终冷温度的降低, 碳化物尺寸变小.

(3) 实验钢超快冷至不同温度时的显微硬度随着终冷温度的升高先略微升高后降低. 利用Orowan机制计算析出强化增量, 得出终冷温度为620 ℃析出强化对屈服强度的贡献最大, 可达到25.6%.

## 参考文献


[1] Guo J, Shang C J, Yang S W, Guo H, Wang X M, He X L. *Mater Des*, 2009; 30: 129

[2] Ghosh A, Das S, Chatterjee S, Rao R P. *Mater Charact*, 2006; 56: 59

[3] Shin D H, Park K T, Kim Y S. *Scr Mater*, 2003; 48: 469

[4] Manohar P A, Chandra T, Killmore C R. *ISIJ Int*, 1996; 36: 1486

[5] Chen J, Chen X W, Tang S, Liu Z Y, Wang G D. *Mater Sci Forum*, 2013; 749: 243

[6] Wang W, Shan Y Y, Yang K. *Acta Metall Sin*, 2007; 43: 578
(王 伟, 单以银, 杨 柯. 金属学报, 2007; 43: 578)

[7] You Y, Wang X M, Shang C J. *Acta Metall Sin*, 2012; 48: 1290
(由 洋, 王学敏, 尚成嘉. 金属学报, 2012; 48: 1290)

[8] Kestenbach H J, Campos S S, Morales E V. *Mater Sci Technol*, 2006; 22: 615

[9] Cizek P, Wynne B P, Davies C H J, Muddle B C, Hodgson P D. *Metall Mater Trans*, 2002; 33A: 1331

[10] Shin D H, Park K T, Kim Y S. *Scr Mater*, 2003; 48: 469

[11] Park J W, Kim J W, Chung Y H. *Scr Mater*, 2004; 51: 181

[12] Funakawa Y, Shiozaki T, Tomita K, Yamamoto T, Maeda E. *ISIJ Int*, 2004; 44: 1945

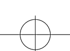
[13] Lu J X, Wang G D. *Iron Steel*, 2005; 40(9): 69
(陆匠心, 王国栋. 钢铁, 2005; 40(9): 69)

[14] Chen J, Lü M Y, Tang S, Liu Z Y, Wang G D. *Acta Metall Sin*, 2014; 50: 524
(陈 俊, 吕梦阳, 唐 帅, 刘振宇, 王国栋. 金属学报, 2014; 50: 524)

[15] Chen J, Tang S, Liu Z Y, Wang G D. *Acta Metall Sin*, 2012; 48: 441
(陈 俊, 唐 帅, 刘振宇, 王国栋. 金属学报, 2012; 48: 441)

[16] Tang S, Liu Z Y, Wang G D, Misra R D K. *Mater Sci Eng*, 2013; A580: 257

[17] Duan X G, Cai Q W, Wu H B. *Acta Metall Sin*, 2011; 47: 251

(段修钢, 蔡庆伍, 武会宾. 金属学报, 2011; 47: 251)
[18] Wang Z Q, Mao X P, Yang Z G, Sun X J, Yong Q L, Li Z D, Weng Y Q. *Mater Sci Eng*, 2011; A529: 459
[19] Yi H L, Du L X, Wang G D. *ISIJ Int*, 2006; 46: 754
[20] Hong S G, Kang K B, Park C G. *Scr Mater,* 2002; 46: 163
[21] Park D B, Huh M Y, Shim J H, Suh J Y, Lee K H, Jung W S. *Mater Sci Eng*, 2005; A394: 339
[22] Wang X N, Di H S, Du L X. *Acta Metall Sin*, 2012; 48: 621
(王晓南, 邸洪双, 杜林秀. 金属学报, 2012; 48: 621)
[23] Huang X Y. *Microstructure of Materials and Its Electron Microscopy Analysis*. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2008: 539
(黄孝瑛. 材料微观结构的电子显微分析. 北京: 冶金工业出版社, 2008: 539)
[24] Zhou R S. *Physics of Metals*. ShangHai: Higher Education Press, 1992: 340
(周如松. 金属物理. 上海: 高等教育出版社, 1992: 340)

(责任编辑:罗艳芬)



